

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-115886

(43)Date of publication of application : 07.05.1996

(51)Int.Cl.

H01L 21/205  
H01L 21/3065  
H01L 21/304

(21)Application number : 07-023490

(71)Applicant : TOKYO ELECTRON LTD

(22)Date of filing : 17.01.1995

(72)Inventor : HATANO TATSUO  
MURAKAMI MASASHI  
TADA KUNIHIRO

(30)Priority

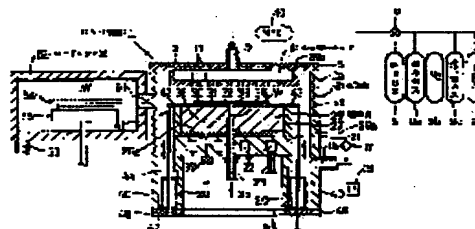
Priority number : 06225494 Priority date : 25.08.1994 Priority country : JP

## (54) PROCESSING EQUIPMENT AND DRY CLEANING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To make it possible to perform processing at ordinary temperature and further minimize damage to processing equipment, by introducing into its processing chamber a cleaning gas containing at least nitrogen trichloride.

CONSTITUTION: A processing gas for film formation, such as a gas mixture of titanium(Ti) or titanium nitride (TiN) and fluoride gas, is introduced from a processing gas source 8 into a shower head 6 through a flow controller (MFC) 10. MFC 10 is also connected to cleaning gas sources 9a, 9b, 9c, 9d. In dry cleaning, the setting of a valve V is switched to introduce a required cleaning gas into a processing chamber 2. The cleaning gases include nitrogen trichloride (NCl<sub>3</sub>) 9a, nitrogen (N<sub>2</sub>) 9b, inert gas 9c, and isopropyl alcohol(IPA) 9d.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.01.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 05.06.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3247270

[Date of registration] 02.11.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-11699

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 05.07.2001

[Date of extinction of right]

(43)公開日 平成8年(1996)5月7日

### 技術表示箇所

3 4 1 V

**N**

審査請求 未請求 請求項の数14 FD (全 17 頁)

特願平7-23490

平成7年(1995)1月17日

(31) 優先權主張番号 特願平6-225494

(32)優先日 平6(1994)8月25日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000219967

東京エレクトロン株式会社  
東京都港区赤坂5丁目3番6号

(72)発明者 波多野 達夫

山梨県韭崎市藤井町北下条2381番地の1  
テル・エンジニアリング株式会社内

(72) 發明者 村上 誠志

山梨県韭崎市藤井町北下条2381番地の1  
テル・エンジニアリング株式会社内

(72) 発明者 多田 國弘

東京都港区赤坂5丁目3番6号 東京エレクトロン株式会社内

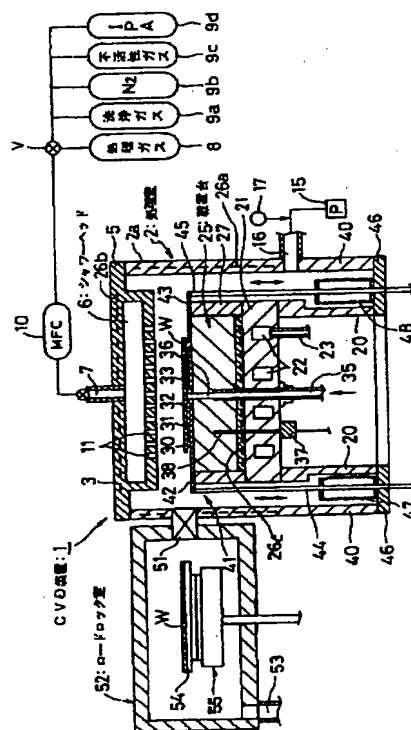
(74)代理人 弁理士 亀谷 美明 (外1名)

(54) 【発明の名称】 処理装置及びドライクリーニング方法

(57) 【要約】

【目的】  $Ti$  や  $TiN$  に最適なドライクリーニング法を提案する。

【構成】 本発明によれば、TiやTiNのような金属物質又はその化合物に対するクリーニングガスとして、少なくとも三塩化窒素を含むガスを用いるので、クリーニング時には、反応生成物として塩化物が生成する。かかる塩化物は、TiやTiNをフッ素系のクリーニングガスにより処理した場合の反応生成物であるフッ化物よりも蒸気圧が高く、容易に気相化するので、処理室内に堆積することなく除去可能である。また、クリーニングガスとして、フッ素系のガスを使用した場合には、後処理として、IPAを添加することにより、蒸気圧の低いフッ化物を蒸気圧の高いアルコキシドへ転換することにより、容易に気相化させ、処理室外に排気することが可能である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 処理室内に收容された被処理体に対して金属又はその化合物を成膜させる処理装置において、少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ ) を含むクリーニングガスを前記処理室内に導入するためのガス導入手段を設けたことを特徴とする、処理装置。

【請求項 2】 処理室内に收容された被処理体に対して金属又はその化合物を成膜させる処理装置において、少なくともフッ化物を含むクリーニングガスを前記処理室内に導入するためのガス導入手段と、少なくともアルコール類を含むガスを前記処理室内に導入するためのガス導入手段とを設けたことを特徴とする、処理装置。

【請求項 3】 前記フッ化物は、三フッ化塩素 ( $\text{ClF}_3$ ) 又は三フッ化窒素 ( $\text{NF}_3$ ) であることを特徴とする、請求項 2 に記載の処理装置。

【請求項 4】 前記金属又はその化合物は、チタン ( $\text{Ti}$ ) 又はチタンナイトライド ( $\text{TiN}$ ) であることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の処理装置。

【請求項 5】 前記アルコール類は、イソプロピルアルコールであることを特徴とする、請求項 2～4 のいずれかに記載の処理装置。

【請求項 6】 前記クリーニングガスは、さらに窒素 ( $\text{N}_2$ ) を含むことを特徴とする、請求項 1～5 のいずれかに記載の処理装置。

【請求項 7】 前記クリーニングガスは、不活性ガスを含むことを特徴とする、請求項 1～6 のいずれかに記載の処理装置。

【請求項 8】 処理室内に收容された被処理体に対して金属又はその化合物を成膜させる処理装置のドライクリーニング方法であって、少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ ) を含むクリーニングガスを前記処理室内に導入することを特徴とする、ドライクリーニング方法。

【請求項 9】 処理室内に收容された被処理体に対して金属又はその化合物を成膜させる処理装置のドライクリーニング方法であって、少なくともフッ化物を含むクリーニングガスを前記処理室内に導入し所定のクリーニングを行った後に、少なくともアルコール類を含むガスを前記処理室内に導入することを特徴とする、ドライクリーニング方法。

【請求項 10】 前記フッ化物は、三フッ化塩素 ( $\text{ClF}_3$ ) 又は三フッ化窒素 ( $\text{NF}_3$ ) であることを特徴とする、請求項 9 に記載の処理装置。

【請求項 11】 前記金属又はその化合物は、チタン ( $\text{Ti}$ ) 又はチタンナイトライド ( $\text{TiN}$ ) であることを特徴とする、請求項 8 又は 9 に記載の処理装置。

【請求項 12】 前記アルコール類は、イソプロピルアルコールであることを特徴とする、請求項 9～11 のいずれかに記載の処理装置。

【請求項 13】 前記クリーニングガスは、さらに窒素 ( $\text{N}_2$ ) を含むことを特徴とする、請求項 8～12 のい

ずれかに記載の処理装置。

【請求項 14】 前記クリーニングガスは、不活性ガスを含むことを特徴とする、請求項 8～13 のいずれかに記載の処理装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は処理装置及びそのドライクリーニング方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、半導体ウェハの製造工程において、半導体ウェハなどの被処理体に対して、減圧 CVD 装置などの処理装置を用いて、チタンやチタンナイトライドなどの金属又はその化合物が成膜処理され、例えば半導体素子の配線材料として使用されている。かかる金属又はその化合物の成膜工程では、所定の減圧雰囲気調整された処理室内の載置台上に被処理体を載置して、その載置台に内蔵された加熱源により被処理体を所定の温度にまで加熱するとともに、処理ガス導入口より上記金属又はその化合物を含む処理ガスを導入することにより、成膜処理が行われる。

【0003】 ところで、上記のような成膜処理を実施すると、被処理体のみならず処理容器の内壁やその他の治具類にも金属又はその化合物の膜が被着する。この処理容器などに被着した膜は、やがて膜剥がれなどによるパーティクル発生の原因となり、飛散して被処理体に付着して、被処理体の歩留まりを低下させるおそれがある。そのため、ある頻度で処理室内に対して、HF 溶液などのクリーニング溶液によるウェット洗浄、あるいは  $\text{NF}_3$  ガスや  $\text{ClF}_3$  ガスなどのクリーニングガスによるドライ洗浄を施していた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 特に、チタンやチタンナイトライドのような金属又はその化合物に対しては、従来より、 $\text{NF}_3$  ガスや  $\text{Cl}_2$  ガスによるプラズマクリーニングが行われていた。かかるプラズマクリーニングでは、活性種の存在するプラズマの周辺では良好なクリーニング効果が得られるが、その他の部分においては十分なクリーニング効果が得られないという問題点があった。特に、枚葉式の成膜装置であれば、処理室の容積が小さいため、プラズマクリーニングを実施することが可能であるが、バッチ式の成膜装置の場合には、反応容器の容積が大きくなるため必要な個所全てに対して均一にプラズマクリーニングを施すことは困難であった。

【0005】 またプラズマレスのドライクリーニング方法としては、 $\text{ClF}_3$  ガスを使用する方法が知られている。しかし、クリーニングを施す必要のある場所全てを昇温する必要があるため、成膜用の加熱手段とは別個に、クリーニング用の加熱手段を設けねばならず、装置構成が複雑となる上、部材によっては昇温により損傷を被るおそれがあり問題となっていた。

【0006】またチタンやチタンナイトライドをフッ素化合物、例えば $\text{NF}_3$ や $\text{ClF}_3$ などのクリーニングガスでクリーニングした場合には、例えば、反応式 $(6\text{TiN} + 8\text{NF}_3 \rightarrow 6\text{TiF}_4 + 7\text{N}_2)$ により生成するチタンのフッ化物( $\text{TiF}_4$ )の蒸気圧が低いため、処理室内に残留して、汚染の原因となるため、その対策が問題となっていた。

【0007】本発明は、上記のようなチタンやチタンナイトライドなどの金属又はその化合物に対する従来のドライクリーニング技術の有する問題点に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、常温にて処理が可能であり、装置に対するダメージを極力小さく抑えることが可能であり、さらに汚染の原因となるフッ化物が生成しないドライクリーニングを施すことができる処理装置及びそのドライクリーニング方法を提供することである。

【0008】本発明のさらに別な目的は、チタンやチタンナイトライドをフッ素系のガス、例えば $\text{NF}_3$ や $\text{ClF}_3$ などのクリーニングガスでクリーニングした場合であつても、その反応生成物であるフッ化物を常温で容易に除去することが可能な処理装置及びそのドライクリーニング方法を提供することである。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明の第1の観点によれば、処理室内に収容された被処理体に対して金属又はその化合物、例えばチタン( $\text{Ti}$ )又はチタンナイトライド( $\text{TiN}$ )を成膜させる処理装置に、少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニングガス、あるいは少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び窒素( $\text{N}_2$ )を含むクリーニングガス、あるいは少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び不活性ガスを含むクリーニングガスを前記処理室内に導入するためのガス導入手段を設けている。

【0010】さらに本発明の第2の観点によれば、処理室内に収容された被処理体に対して金属又はその化合物、例えばチタン( $\text{Ti}$ )又はチタンナイトライド( $\text{TiN}$ )を成膜させる処理装置のドライクリーニング方法は、少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニングガス、あるいは少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び窒素( $\text{N}_2$ )を含むクリーニングガス、あるいは少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び不活性ガスを含むクリーニングガスを前記処理室内に導入することとしている。

【0011】さらに本発明の第3の観点によれば、処理室内に収容された被処理体に対して金属又はその化合物、例えばチタン( $\text{Ti}$ )又はチタンナイトライド( $\text{TiN}$ )を成膜させる処理装置に、少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )や三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスを前記処理室内に導入するためのガス導入手段を設けるとともに、さらに前記処

理室内にアルコール類、例えばイソプロピルアルコール( $\text{IPA}$ )を導入するためのガス導入手段を設けている。

【0012】さらに本発明の第4の観点によれば、処理室内に収容された被処理体に対して金属又はその化合物、例えばチタン( $\text{Ti}$ )又はチタンナイトライド( $\text{TiN}$ )を成膜させる処理装置のドライクリーニング方法は、少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )や三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスを前記処理室内に導入して、所定のドライクリーニング処理を実施した後に、前記処理室内にアルコール類、例えばイソプロピルアルコール( $\text{IPA}$ )を導入することとしている。

#### 【0013】

【作用】本発明の第1及び第2の観点によれば、チタンやチタンナイトライドのような金属又はその化合物に対するクリーニングガスとして、少なくとも三塩化窒素を含むクリーニングガスを用いるので、クリーニング時には、例えば反応式 $(6\text{TiN} + 8\text{NCl}_3 \rightarrow 6\text{TiCl}_4 + 7\text{N}_2)$ で表される化学反応により、反応生成物として塩化物が生成する。ここで、チタンやチタンナイトライドをフッ素系のクリーニングガスにより処理した場合の反応生成物であるフッ化物、例えば $\text{TiF}_4$ の沸点が $284^\circ\text{C}$ である。これに対して、チタンやチタンナイトライドを本願のよう塩素系のクリーニングガス、例えば三塩化窒素を含むクリーニングガスにより処理した場合の反応生成物である窒化物、例えば $\text{TiCl}_4$ の沸点は $136.4^\circ\text{C}$ である。従って、本発明の実施例により生じた反応生成物は、容易に気相化するので、処理室内に堆積することなく除去可能である。

【0014】なお、三塩化窒素が反応性が強く危険なガスであるが、クリーニングガスに三塩化窒素に加えて窒素ガスを含有させることにより、反応系の平衡を逆に作用させ、反応を抑制することが可能である。さらにクリーニングガスに不活性ガス、例えばヘリウム( $\text{He}$ )、ネオン( $\text{Ne}$ )、アルゴン( $\text{Ar}$ )、クリプトン( $\text{Kr}$ )、キセノン( $\text{Xe}$ )、ラドン( $\text{Ra}$ )などを含有させることにより希釈し、反応性を調整することが可能である。また、本発明を適用できる金属又はその化合物としては、チタンやチタンナイトライドに限定されず、その塩化物の蒸気圧がそのフッ化物の蒸気圧よりも高い金属又はその化合物に対して適用することが可能である。

【0015】さらに本発明の第3及び第4の観点によれば、チタンやチタンナイトライドのような金属又はその化合物に対するクリーニングガスとして、少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )や三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスを用いるので、クリーニング時には、例えば反応式 $(6\text{TiN} + 8\text{NF}_3 \rightarrow 6\text{TiF}_4 + 7\text{N}_2)$ で表される化学反応により反応生成物としてフッ化物( $\text{TiF}_4$ )が生成する。このフッ

化物、例えば四フッ化チタン ( $\text{TiF}_4$ ) は、上述のように沸点が  $284^\circ\text{C}$  であるため、そのままでは気相化し難い物質である。しかし、本発明によれば、さらに後処理として、アルコール類、例えばイソプロピルアルコールを前記処理室内に導入することにより、フッ化物を蒸気圧の高いアルコキシドへ転換する。例えば反応式 ( $\text{TiF}_4 + \text{IPA} \rightarrow \text{Ti}(\text{-OR})_4 + 4\text{HF}$ ) で表される化学反応により、沸点が  $284^\circ\text{C}$  の四フッ化チタン ( $\text{TiF}_4$ ) は、沸点が  $58^\circ\text{C}$  のテトライソプロポキシチタン ( $\text{Ti}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_4$ ) に変換される。変換後のアルコキシドは蒸気圧が高いので、容易に気相化し、処理室外に排気することが可能である。

【0016】なお、フッ素系ガスをクリーニングガスとして使用する場合であっても、クリーニングガスや、その後処理で使用するアルコール類に、窒素ガスや、不活性ガス、例えばヘリウム ( $\text{He}$ )、ネオン ( $\text{Ne}$ )、アルゴン ( $\text{Ar}$ )、クリプトン ( $\text{Kr}$ )、キセノン ( $\text{Xe}$ )、ラドン ( $\text{Ra}$ ) などを含有させることにより希釈し、反応性を調整することが可能である。また、本発明を適用できる金属又はその化合物としては、チタンやチタンナイトライドに限定されず、そのフッ素系ガスによりクリーニングした後の反応生成物が、後処理のアルコール類と反応して、蒸気圧がその生成物よりも高いアルコキシドに変換する金属又はその化合物に対して適用することが可能である。

【0017】

【実施例】以下に添付図面を参照しながら、本発明を枚葉式の CVD 装置に適用した一実施例について詳細に説明する。

【0018】[第1実施例] 図1は第1実施例にかかる枚葉式の抵抗加熱型 CVD 装置1の断面を模式的に示しており、この CVD 装置1は、所定の減圧雰囲気中にまで真空引き自在な略円筒状の処理室2を有している。処理室2の側壁2aは例えばアルミニウムなどから構成され、その内部にはヒータなどの加熱装置26aが内装されており、成膜処理時や後述するクリーニング時に、側壁2aを所望の温度、例えば常温から  $250^\circ\text{C}$  にまで昇温させることが可能である。

【0019】処理室2の天井面3は、ヒンジ部5を介して上方に開放自在に構成される。この天井面3の中央には、中空の円筒形状からなるシャワーヘッド6が気密に設けられる。該シャワーヘッド6の上部に処理ガス供給管7が接続され、処理ガス源8より流量制御器 (MFC) 10を介して、所定のプロセスガス、例えばチタン ( $\text{Ti}$ ) + 不活性ガスの混合ガスや、チタンナイトライド ( $\text{TiN}$ ) + フッ化性ガスの混合ガスなどの成膜用処理ガスがシャワーヘッド6に導入される。

【0020】また上記流量制御器 (MFC) 10にはクリーニング用ガス源9a、9b、9c、9dも接続されており、バルブVを切り換えることにより、ドライクリ

ーニング時には、所定のクリーニングガスを上記処理室2内に導入することが可能である。本実施例で使用されるクリーニングガスは、例えば次のようなガスである。

- ・少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ ) 含むクリーニングガス、
  - ・少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ ) 及び窒素 ( $\text{N}_2$ ) を含むクリーニングガス、
  - ・少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ )、窒素 ( $\text{N}_2$ ) 及び不活性ガスを含むクリーニングガス、
  - ・少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素 ( $\text{ClF}_3$ ) や三フッ化窒素 ( $\text{NF}_3$ ) を含むクリーニングガス
- また上記流量制御器 (MFC) 10にはイソプロピルアルコール (IPA) 源9dも接続されており、後述するように、フッ化物によるクリーニング後に、後処理として、IPAを上記処理室2内に導入することが可能である。

【0021】なお上記シャワーヘッド6の下面、即ち後述の載置台25との対向面には、ガス噴出口11が複数穿設されており、前記処理ガス導入管7からシャワーヘッド6内に導入された処理ガスは、これらガス噴出口11を通じて、処理室2内の載置台25に向けて均等に噴き出される。また、シャワーヘッド6にはヒータなどの加熱装置26bが内蔵されており、成膜処理時やクリーニング処理時にシャワーヘッド6を所定の温度、例えば常温  $\sim 250^\circ\text{C}$  にまで昇温させることが可能である。

【0022】他方、上記処理室2の底部近傍には、真空ポンプなどの排気手段15に通ずる排気管16が設けられ、該排気管16の途中に上記処理室2内から排気される雰囲気中に飛散しているパーティクルの個数を計数する例えばレーザカウンタなどからなるパーティクルカウンタ17が設けられる。この排気手段15の稼働により、上記処理室2は、所定の減圧雰囲気、例えば  $10^{-6}$  Torrに設定、維持が可能のように構成されている。なお、この排気手段15としては、オイルフリーのドライポンプを用いることが好ましい。これはクリーニングガスとして三塩化窒素を用いるため、ポンプオイルの劣化やオイル中に混入した塩素によるポンプ本体の劣化を招く可能性が高いためである。

【0023】上記処理室2の底部は、略円筒状の支持体20によって支持された底板21によって構成され、さらにこの底板21の内部には冷却水溜22が設けられており、冷却水パイプ23によって供給される冷却水が、この冷却水溜22内を循環するように構成されている。

【0024】載置台25は上記底板21の上面にヒータなどの加熱装置26cを介して設けられ、さらにこれらヒータ26c及び載置台25の周囲は、断熱壁27によって囲まれている。上記載置台25の上には例えば半導体ウェハなどの被処理体Wが載置される。上記断熱壁27は、その表面が鏡面仕上げされて周囲からの放射熱を反射し、断熱を図るように構成されている。上記ヒータ

26cは絶縁体の中に略帯状の発熱体を所定のパターン、例えば渦巻き状に埋設した構成からなり、処理室2外部に設置された図示しない交流電源から印加される電圧により所定の温度、例えば400℃~2000℃まで発熱して、上記載置台25上に載置された被処理体Wを所定の温度、例えば800℃に維持することが可能である。

【0025】上記載置台25の上面には、被処理体Wを吸着、保持するための静電チャック30が設けられている。この静電チャック30は、被処理体Wを載置保持する面としてポリイミド樹脂などの高分子絶縁材料からなる2枚のフィルム31、32間に銅箔などの導電膜33を挟持した静電チャックシートより構成されており、その導電膜33には、図示しない可変直流電圧源が接続されている。このように、導電膜33に高電圧を印加することにより、上記静電チャック30の上側フィルム31の上面に被処理体Wをクーロン力により吸着保持し得るように構成されている。

【0026】以上のようにして構成された上記載置台25には、その中心部に上記底板21を貫通する伝熱媒体供給管35が嵌入し、更にこの伝熱媒体供給管35の先端に接続された流路36を介して供給された例えばHeガスなどの伝熱媒体が、上記静電チャック30の載置面に載置された被処理体Wの裏面に供給されるように構成されている。

【0027】また上記載置台25中には、温度センサ37の検知部38が位置しており、上記載置台25内部の温度を逐次検出するように構成されている。そしてこの温度センサ37からの信号に基づいて、上記ヒータ26に給電される交流電源のパワー等を制御することにより、上記載置台25の載置面を所望の温度にコントロールできるように構成されている。

【0028】また、上記断熱壁27の側面外周と、上記底板21の側面外周、及び上記支持体20の側面外周と、上記処理室2の側壁40内周とによって創出される略環状の空間内には、上記載置台25の載置面に載置される被処理体Wを、リフトアップ・リフトダウンさせるためのリフター41が設けられている。

【0029】このリフター41の上部は、円盤状に形成された被処理体Wの周縁の曲率に適合した一對の半環状の載置部材42、43及び当該各載置部材42、43の下面に垂直に設けられている支持柱44、45とによって構成され、被処理体Wは、これら各載置部材42、43の内周周縁部に設けられた適宜の係止部上に載置される。一方前記リフター41の下部構成は、図1に示したように、前記各支持柱44、45の下端部が、前出断熱壁12の側面外周等によって創出される前出略環状の空間内の底部を気密に閉塞している環状の支持板46を上下動自在に貫通して、モータなどの昇降駆動機構（図示せず）に接続されており、当該昇降駆動機構の作動によ

って、図1に示した往復矢印のように上下動する如く構成されている。また処理室2内における上記支持板46と上記支持柱44、45との貫通箇所には、夫々ベローズ47、48が介在しており、これら各ベローズ47、48によって、上記処理室2内の気密性は確保されている。

【0030】以上のように構成されている上記処理室2の外方には、ゲートバルブ51を介して気密に構成されたロードロック室52が設けられており、その底部に設けられた排気管53から真空引きされて、このロードロック室52内も、前記処理室2と同様、所定の減圧雰囲気、例えば $10^{-6}$  Torrに設定、維持が可能のように構成されている。

【0031】そしてこのロードロック室52の内部には、やはりゲートバルブを介して隣接しているカセット収納室（図示せず）内のカセットと、上記処理室2内の上記載置台25との間で被処理体Wを搬送させる搬送アーム54を備えた搬送装置55が設けられている。

【0032】本発明の第1実施例にかかる抵抗加熱型CVD装置1は以上のように構成されており、次にその成膜処理時の動作を説明する。処理室2とロードロック室52とが同一減圧雰囲気になった時点で、ゲートバルブ51が開放され、成膜処理される被処理体Wは搬送装置55の搬送アーム54によって、処理室2内の載置台25の上方にまで搬入される。

【0033】このときリフター41の各載置部材42、43は上昇しており、被処理体Wは、これら各載置部材42、43の内周周縁部の係止部上に載置される。そして被処理体Wをそのようにして載置させた後、搬送アーム54はロードロック室52内に後退し、ゲートバルブ51は閉鎖される。

【0034】その後、リフター41の各載置部材42、43は下降して、被処理体Wは載置台25の静電チャック30の載置面に載置され、図示しないの高圧直流電源からの直流電圧を導電膜33に印加させることによって、被処理体Wは、上記電圧印加の際に発生するクーロン力によって当該載置面に吸着保持される。

【0035】しかしてその後、図示しない交流電源からの電力をヒータ26cの発熱体に供給して被処理体Wを所定温度、例えば800℃にまで加熱するとともに、処理ガス導入管7から処理ガス、例えばチタン(Ti)+不活性ガスの混合ガスや、チタンナイトライド(TiN)+フッ化性ガスの混合ガスを処理室2内に導入すると、被処理体Wの成膜処理が開始されるのである。

【0036】このようにして被処理体Wの表面に対して成膜処理が行われると、処理室2内の部材、特に載置台25からの輻射熱の影響を受けるシャワーヘッド6の周面などといった被処理体W以外の箇所にも、反応生成物が付着する。従って、安定した製品の供給を継続するためには、ある時点において、クリーニングを行い反応生

成物を除去する必要がある。そして、本発明によれば、以下に説明するように第1又は第2ドライクリーニング処理を選択的に実施できる。

【0037】次に、本発明に基づいて実施可能な第1及び第2ドライクリーニング方法に関する実施例について説明する。

【0038】(1) 第1ドライクリーニング方法

この実施例では、以下に示すクリーニングガスを用いてドライクリーニングを実施する。

・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニングガス、

・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び窒素( $\text{N}_2$ )を含むクリーニングガス、

・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )、窒素( $\text{N}_2$ )及び不活性ガスを含むクリーニングガス、

この第1ドライクリーニング時には、バルブVを切り換えて、所定のクリーニングガスを排気手段15により、 $0.01\text{ Torr} \sim 100\text{ Torr}$ 、好ましくは $0.1\text{ Torr} \sim 1\text{ Torr}$ 程度の減圧雰囲気調整した上記処理室2内に導入する。

【0039】この第1ドライクリーニングによれば、フッ素系ガスによるクリーニングにより生じていたフッ化物よりも蒸気圧が高い、従って沸点が低い塩化物が副生成物として生成する。この副生成物は、処理室内壁などの付着することなく、容易に気相化し、真空排気されるので、パーティクルの発生を未然に防止できる。なおこの実施例において使用するクリーニングガスは、常温において十分な効果を得ることが可能なので、従来の装置のように、クリーニング対象箇所を加熱する必要はない。ただし、必要な場合には、クリーニング対象箇所、例えばシャワーヘッド6や処理室2の側壁2aをヒータ26a、26b、26cにより適当な温度にまで昇温し、クリーニング時間を短縮することも可能であることは言うまでもない。

【0040】また、クリーニングガスとしては、少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニングガスを使用すれば良いが、三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )は反応性が強く危険なガスなので、実際の運用にあたっては、窒素ガスや不活性ガスにより希釈することが可能である。例えば、 $10\text{ sccm}$ の三塩化窒素ガスに対して、窒素ガスや不活性ガスを $10 \sim 100$ 倍の流量分だけ添加することにより、反応を抑制し、装置の損傷を防止することが可能である。

【0041】(2) 第2ドライクリーニング方法

この実施例では、三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )又は三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスによりまずドライクリーニングを行う。この第2ドライクリーニング時には、バルブVを切り換えて、所定のクリーニングガスを排気手段15により、例えば $0.1\text{ Torr} \sim 10\text{ Torr}$ 程度の減圧雰囲気に調整した上記処理室2内

に、例えば $10 \sim 500\text{ sccm}$ の流量で導入する。なおこの実施例において使用するクリーニングガスは、常温においても十分な効果を得ることが可能なので、従来の装置のように、クリーニング対象箇所を加熱する必要はない。ただし、必要な場合には、クリーニング対象箇所、例えばシャワーヘッド6や処理室2の側壁2aをヒータ26a、26b、26cにより適当な温度、例えば $50 \sim 250^\circ\text{C}$ にまで昇温し、クリーニング時間を短縮することも可能であることは言うまでもない。また、クリーニング時の反応速度を調整するために、窒素ガスや不活性ガスにより希釈することも可能である。

【0042】以上のように、三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )又は三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスによりまずドライクリーニングを行った場合には、例えば反応式( $6\text{TiN} + 8\text{NF}_3 \rightarrow 6\text{TiF}_4 + 7\text{N}_2$ )で表される化学反応により反応生成物としてフッ化物( $\text{TiF}_4$ )が生成する。このフッ化物、例えば四フッ化チタン( $\text{TiF}_4$ )は、上述のように沸点が $284^\circ\text{C}$ であるため、そのままでは気相化し難い物質であり、処理室2の側壁2aなどに付着した場合にはパーティクルの原因となり、問題であった。この点、この実施例では、ドライクリーニング後に、後処理として、アルコール類、例えばイソプロピルアルコールを、排気手段15により、例えば $0.1\text{ Torr} \sim 10\text{ Torr}$ 程度の減圧雰囲気に調整した上記処理室2内に、例えば $10 \sim 200\text{ sccm}$ の流量で導入する。その結果、フッ化物は蒸気圧の高いアルコキシドに変換される。例えば反応式( $\text{TiF}_4 + \text{IPA} \rightarrow \text{Ti}(\text{-OR})_4 + 4\text{HF}$ )で表される化学反応により、沸点が $284^\circ\text{C}$ の四フッ化チタン( $\text{TiF}_4$ )は、沸点が $58^\circ\text{C}$ のテトライソプロポキシチタン( $\text{Ti}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_4$ )に変換される。このように、本実施例によれば、従来のドライクリーニングではパーティクルの原因となっていたフッ化物をアルコキシドに変換することにより、容易に気相化させ、処理室外に排気することが可能である。

【0043】なお、IPAなどのアルコール類の導入に先立って、窒素ガスや不活性ガスなどを上記処理室2内に導入し、パージ処理を行うことが好ましい。また、上記化学反応は常温においても生じるため、特にクリーニング対象箇所を加熱する必要はない。ただし、必要な場合には、クリーニング対象箇所、例えばシャワーヘッド6や処理室2の側壁2aをヒータ26a、26b、26cにより適当な温度、例えば $50 \sim 120^\circ\text{C}$ にまで昇温し、クリーニング時間を短縮することも可能であることは言うまでもない。ただし、昇温処理を行う場合には、IPAを導入しながら昇温行うことにより、より効果的にフッ化物を $\text{Ti}(\text{-OR})_4$ に置換することが可能である。また、IPAの導入時にも反応速度を調整するために、窒素ガスや不活性ガスにより希釈することができ



【0044】このようにして、所定のドライクリーニングが終了した後、処理室内を真空排気し、再び成膜を行うことが可能である。なお、以上のようなドライクリーニングによりデポを洗浄する時期は、例えば、次のように決定される。

- ・処理室2内に搬入する処理される前の被処理体Wと、処理室2から搬出された処理後の被処理体Wのそれぞれについてパーティクルの付着個数を計数し、それら付着個数の差分が所定数以上となったときにクリーニングを行う。

- ・処理室2から排気管16を通して排気される室内雰囲気中に飛散しているパーティクルの個数をパーティクルカウンタ17で計数し、排気中のパーティクルの個数が所定の個数以上となったときにクリーニングを行う。

- ・処理室2において所定数の被処理体Wを処理したときにクリーニングを行う。

【0045】以上のようにして、ドライクリーニングを行うことによりデポを適宜取り除きつつ、処理を続行する。その際に、第1のドライクリーニング方法によれば、フッ素系ガスによりクリーニング行っていた従来の処理時に生成したフッ化物よりも蒸気圧が高い、塩化物が生成する。そのため、常温であっても副生成物の気相化が促進され、副生成物を排気することができるので、副生成物が再び処理室内に堆積して、パーティクルの原因となるような事態を回避することができる。また第2のドライクリーニング方法によれば、フッ素系ガスによるドライクリーニングにより処理室内に生成したフッ化物を、IPAなどのアルコール類を添加することにより沸点の低いアルコキシドへ転換する。そのため、常温であっても副生成物の気相化が促進され、副生成物を排気することができるので、副生成物が再び処理室内に堆積して、パーティクルの原因となるような事態を回避することができる。以上のように、本発明に基づいて実施されるドライクリーニング方法によれば、被処理体Wのパーティクル汚染防止を図ると共に、装置のダウンタイムを低減させて、稼働率の向上を図ることが可能となる。

【0046】以上、図1に示すような枚葉式の抵抗加熱型CVD装置1に本発明を適用した例について説明したが、本発明はかかる抵抗加熱型CVD装置に限定されず、図2に示すような枚葉式のランプ加熱型のCVD装置にも適用可能である。

【0047】[第2実施例] 以下、ランプ加熱型のCVD装置に対して本発明を適用した第2実施例について、図2を参照しながら説明する。

【0048】図中102は、被処理体、例えばウェハSに成膜処理を行うための気密に構成された処理室である。この処理室102の頂部には処理ガス供給管131が連結されている。この処理ガス供給管131は、流量制御器(MFC)110及びバルブVを介して、成膜処理用の処理ガス源108、ドライクリーニング用の洗浄

ガス源109a、窒素ガス源109b、不活性ガス源109c、IPA源109dが接続されており、成膜やクリーニングなどの各種処理に応じて所定のガスを供給することが可能なように構成されている。なお、処理ガスとしては、例えばウェハSに処理面にチタンやチタンナイトライド膜を形成するための、チタン(Ti) + 不活性ガスの混合ガスや、チタンナイトライド(TiN) + フッ化性ガスの混合ガスなどを使用することができる。また、上記処理ガス供給管131の下端側にはガス導入室132が形成されている。またガス導入室132の下面側には、処理ガスを処理室102内に例えばシャワー状に供給するためのガス拡散板133が設けられている。なお、ガス導入室132には、ヒータなどの加熱手段134が内装されており、後述するように、成膜処理時又はドライクリーニング時にガス導入室132を所定の温度、例えば50℃～120℃にまで昇温することが可能である。

【0049】上記処理室102内のガス導入室132の下方側には、ウェハSを保持するための載置台141が載置台支持枠142を介して側壁121に設けられている。さらに上記処理室102内には、載置台141に載置されたウェハSの表面(薄膜形成面)の周縁部を覆うために、ウェハSの表面に対して接近離隔自在に、例えばウェハの表面を覆う位置とその上方位置との間で上下するように、リング体105が上下機構144に取り付けられている。このリング体105は、ウェハの周縁部全体を覆うように形成された環状体の押さえリング部151と、押さえリング部151の裏面側に設けられた接触部152とから構成されている。

【0050】上記処理室102の側壁121の一部は載置台141及びその下方領域を囲むように上記処理室102の内部へ突出して形成されており、この突出部121aの内周縁部の上端部は、ウェハが載置台141上へ載置され、リング体105がウェハ表面の周縁部を覆うときには、上記リング体105の外周縁部の下端部との距離が例えば0.5～3mmとなるように設定されており、この側壁121の突出部121aとリング体105との間の隙間は後述のパージガスの流路を成している。また上記側壁121及び上記処理室102の天井壁121bにはヒータなどの加熱手段122及び126が内装されており、後述するドライクリーニング時に上記処理室102の内壁121、121bを所定の温度、例えば50℃～120℃にまで昇温することが可能なように構成されている。さらに上記処理室102の底壁124及び側壁121の突出部121aには、ウェハの裏面、すなわち載置台141の方向へ向かって窒素ガスから成るパージガスを供給するためのパージガス供給路125が形成されている。

【0051】上記処理室102の底部には、例えば石英製の透過窓161が取り付けられ、この透過窓161を

介して加熱室162が配設されている。この加熱室162にはウェハを加熱するための加熱手段をなす複数の加熱ランプ163が上下2枚の回転板164、165の所定位置に固定されており、この回転板164、165は回転軸166を介して回転機構167に接続されている。また加熱室162の側部には、冷却エア導入することにより上記処理室102内及び透過窓161の過熱を防止するための冷却エア導入口168が設けられている。

【0052】次に上記のように構成された枚葉式のラン  
プ加熱式CVD装置を用いた成膜工程と、処理容器内の  
ドライ洗浄工程について説明する。成膜処理時には、ま  
ず被処理体であるウェハを、図示しない搬送アームによ  
り図示しない搬出入口を介して載置台141上に載置  
し、その後リング体105を上下機構144により下降  
させてウェハの表面の周縁部を押圧する。次いで加熱手  
段163を作動させて、ウェハを例えば350～500  
℃に加熱するとともに、図示しない真空ポンプにより排  
気孔123を介して排気しながら、処理ガス供給管13  
1よりガス導入室132を介して、所定の処理ガス、例  
えばチタン(Ti)+不活性ガスの混合ガスや、チタン  
ナイトライド(TiN)+フッ化性ガスの混合ガスを、  
例えば10～200sccmの流量で処理室102内に  
供給し、処理室102内を所定の圧力に維持する。そし  
て、処理ガスはウェハの熱により分解されて、例えばチ  
タンが生成され、ウェハの表面にチタン又はチタンナ  
イトライドが膜状に堆積される。このようにして、ウェ  
ハの成膜処理を行った後、リング体105を上下機構14  
4によりウェハの上方へ引き上げ、ウェハの表面の周  
縁部から取り外し、ウェハを図示しない搬送アームによ  
り図示しない搬出入口を介して、処理室102の外部に搬  
出する。

【0053】そして、成膜処理を反復して行った結果、  
例えば、図示しないパーティクルカウンタにより検出さ  
れるパーティクルの数が所定値に到達し、上記処理室1  
02内の被処理体以外の部分、例えば処理室102の内  
壁部121、121a、121bや、石英で構成されて  
いる透過窓161部分にチタンやチタンナイトライドが  
被着し、パーティクルの発生源となったり、透過窓16  
1が曇って加熱効率が劣化したと判断された場合には、  
本発明に基づいて、第1又は第2ドライクリーニング処  
理が選択的に施される。

【0054】次に、本発明に基づいて実施可能な第1及  
び第2ドライクリーニング方法に関する実施例について  
説明する。

【0055】(1)第1ドライクリーニング方法  
この実施例では、以下に示すクリーニングガスを用いて  
第1ドライクリーニングを実施する。

・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニング  
ガス、

・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び窒素( $\text{N}_2$ )を  
含むクリーニングガス、

・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )、窒素( $\text{N}_2$ )及び  
不活性ガスを含むクリーニングガス、

この第1ドライクリーニング時には、上記クリーニング  
ガスを、0.01Torr～100Torr、好ましく  
は0.1Torr～1Torr程度の減圧雰囲気  
に調整した上記処理室102内に導入する。そしてこの第1ド  
ライクリーニングによれば、フッ素系ガスによりクリー  
ニングにより生じていたフッ化物よりも蒸気圧が高い、  
従って沸点が低い塩化物が副生成物として生成する。こ  
の副生成物は、処理室の内壁などに付着することなく、  
容易に気相化し、真空排気されるので、パーティクルの  
発生を未然に防止できる。

【0056】(2)第2ドライクリーニング方法

この実施例では、三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )又は三フッ  
化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスによりまずド  
ライクリーニングを行う。この第2ドライクリーニング  
時には、上記クリーニングガスを、例えば0.1Torr  
～10Torr程度の減圧雰囲気に調整された上記処  
理室102内に、例えば10～500sccmの流量で  
導入する。

【0057】以上のように、三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )  
又は三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスに  
よりまずドライクリーニングを行った場合には、例えば  
反応式( $6\text{TiN} + 8\text{NF}_3 \rightarrow 6\text{TiF}_4 + 7\text{N}_2$ )で表  
される化学反応により反応生成物としてフッ化物( $\text{TiF}_4$ )  
が生成する。このフッ化物、例えば四フッ化チタ  
ン( $\text{TiF}_4$ )は、上述のように沸点が284℃である  
ため、そのままでは気相化し難い物質である。

【0058】この点、この第2ドライクリーニング工程  
では、ドライクリーニング後に後処理として、アルコール  
類、例えばイソプロピルアルコールを、例えば0.1  
Torr～10Torr程度の減圧雰囲気に調整した上  
記処理室102内に、例えば10～200sccmの流  
量で導入する。その結果、フッ化物は蒸気圧の高いアル  
コキシドに変換される。例えば反応式( $\text{TiF}_4 + \text{IPA} \rightarrow \text{Ti}(\text{OR})_4 + 4\text{HF}$ )で表される化学反応に  
より、沸点が284℃の四フッ化チタン( $\text{TiF}_4$ )

は、沸点が58℃のテトライソプロポキシチタン( $\text{Ti}(\text{i-OC}_3\text{H}_7)_4$ )に変換される。このように、従来の  
ドライクリーニングではパーティクルの原因となってい  
たフッ化物をアルコキシドに変換することにより、容易  
に気相化させ、処理室外に排気することが可能である。  
また、IPAなどのアルコール類の導入に先立って、窒  
素ガスや不活性ガスなどを上記処理室102内に導入  
し、パージ処理を行うことが好ましい。

【0059】なお以上説明した第1及び第2クリーニン  
グ方法は、常温において十分な効果を得ることが可能な  
ので、従来の装置のように、クリーニング対象箇所を加

熱する必要はない。ただし、必要な場合には、クリーニング対象箇所、例えばガス導入室 132 や処理室 102 の内壁 121、121a、121b、あるいは透過窓 161 を、ヒータなどの加熱手段 122、126、134 により、あるいはランプなどの加熱手段 163 により適当な温度、例えば 50℃～250℃にまで昇温し、クリーニング時間を短縮することも可能であることは言うまでもない。また、クリーニングガスとして使用される三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ )、三フッ化窒素 ( $\text{ClF}_3$ ) 又は三フッ化窒素 ( $\text{NF}_3$ ) は反応性が強く危険なガスなので、窒素ガスや不活性ガスにより希釈することによって、反応を抑制し、装置の損傷を防止することが可能である。さらに、第 2 クリーニング方法の後処理で 사용되는 IPA などのアルコール類を窒素ガスや不活性ガスにより希釈して、反応を抑制することが可能であることも言うまでもない。

【0060】以上のようにして、第 1 又は第 2 ドライクリーニングを行うことによりデポを適宜取り除きつつ、処理を続行する。その際に、第 1 のドライクリーニング方法によれば、フッ素系ガスによりクリーニング行っていた従来の処理時に生成したフッ化物よりも蒸気圧が高い、塩化物が生成する。そのため、常温であっても副生成物の気相化が促進され、副生成物を排気することができるので、副生成物が再び処理室内に堆積して、パーティクルの原因となるような事態を回避することができる。また第 2 のドライクリーニング方法によれば、フッ素系ガスによるドライクリーニングにより処理室内に生成したフッ化物を、IPA などのアルコール類を添加することにより沸点の低いアルコキシドへ転換する。そのため、常温であっても副生成物の気相化が促進され、副生成物を排気することができるので、副生成物が再び処理室内に堆積して、パーティクルの原因となるような事態を回避することができる。

【0061】以上、図 1 及び図 2 に関連して、抵抗加熱型又はランプ加熱型の枚葉式 CVD 装置に本発明を適用した実施例に限定したが、本発明はかかる枚葉式 CVD 装置に限定されず、プラズマクリーニングが困難なバッチ式 CVD 装置に対して、特に好適に適用可能である。

【0062】〔第 3 実施例〕以下、バッチ式 CVD 装置に対して、本発明を適用した実施例について、図 3 を参照しながら説明する。

【0063】図 3 に示す減圧 CVD 装置は、高速縦型熱処理炉として構成され、図示のように水平方向に固定された基台 60 上に垂直に支持された断熱性の略有頭円筒状の管状炉 61 と、その管状炉 61 の内側に所定の間隔を空けて挿入された略有頭円筒形状の石英などから成る反応管 62 と、上記管状炉 61 の内周壁に上記反応管 62 を囲繞するように螺旋状に配設された抵抗発熱体などのヒータよりなる加熱手段 63 と、複数の被処理体、たとえば半導体ウェハ (W) を水平状態で水平方向に多数

枚配列保持することが可能な石英などから成るウェハポート 64 と、このウェハポート 64 を昇降するための昇降機構 65 とから主要部が構成されている。

【0064】さらに上記管状炉 61 の底部には上記間隔に連通する吸気口 66 が設置されており、適当なマニホールド 67 を介して接続された給気ファン 68 により上記間隔内に冷却空気を供給することが可能である。また上記管状炉 61 の頂部には同じく上記間隔に連通する排気口 69 が設置されており、上記間隔内の空気を排気することが可能なように構成されている。

【0065】また上記反応管 61 の底部には、ガス導入管 70 が接続され、処理ガス源 71 より流量制御器 (MFC) 72 を介して、所定のプロセスガス、例えばチタン (Ti) + 不活性ガスの混合ガスや、チタンナイトライド (TiN) + フッ化性ガスの混合ガスなどの成膜用処理ガスが反応管 62 内に導入される。また上記流量制御器 (MFC) 72 にはクリーニング用ガス源 73a、73b、73c も接続されており、バルブ V を切り換えることにより、ドライクリーニング時には、以下に示すような所定のクリーニングガスを上記反応管 62 内に導入することが可能である。

- ・少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ ) 含むクリーニングガス、
  - ・少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ ) 及び窒素 ( $\text{N}_2$ ) を含むクリーニングガス、
  - ・少なくとも三塩化窒素 ( $\text{NCl}_3$ )、窒素 ( $\text{N}_2$ ) 及び不活性ガスを含むクリーニングガス
  - ・少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素 ( $\text{ClF}_3$ ) や三フッ化窒素 ( $\text{NF}_3$ ) を含むクリーニングガス
- また上記流量制御器 (MFC) 72 にはイソプロピルアルコール (IPA) 源 73d も接続されており、後述するように、フッ化物によるクリーニング後に後処理として、IPA を上記反応管 62 内に導入することが可能である。

【0066】さらに上記反応管 62 内に上記ガス導入管 70 を介して導入されたガスは、上記反応管 62 の下端に設けられた排気管 74 を介して真空ポンプ 75 へと排出される。この真空ポンプ 75 としては、オイルフリーのドライポンプを用いることが好ましい。これはクリーニングガスとして三塩化窒素や三フッ化塩素や三フッ化窒素を用いるため、ポンプオイルの劣化やオイル中に混入した塩素によるポンプ本体の劣化を招く可能性が高いためである。

【0067】なお上記ウェハポート 64 は、半導体ウェハ W を多段状に保持する保持部の下に保温筒 76 を介して蓋体 77 を備えており、上記昇降機構 65 により上記ウェハポート 64 を上昇させることにより、上記蓋体 77 が上記反応管 62 の底部の開口を気密に封止することが可能なように構成されている。

【0068】次に上記のように構成された縦型熱処理炉

10

20

30

40

50

を用いた成膜工程と、反応容器内のドライ洗浄工程について、説明する。

【0069】成膜処理時には、所定の処理温度、たとえば400℃の温度に加熱された上記反応管62内に、多数の被処理体、たとえば8インチ径の半導体ウェハWを収容したウェハポート64をローディングして、上記蓋体77により上記反応管62を密閉する。ついで上記反応管62内をたとえば0.5 Torr程度に減圧した後、上記ガス導入管70より処理ガス、例えば、 $TiCl_4 + NH_3$ の混合ガスを所定流量供給しながら、半導体ウェハWへの成膜処理を行う。上記成膜処理を終了した後は、上記反応管62内の処理ガスを排出する工程を行う。すなわち、上記反応管62内の処理ガスを排出しつつ、不活性ガス、たとえば $N_2$ ガスを導入し、上記反応管62内を $N_2$ ガス雰囲気置換するものである。このようにして、上記反応管62内の処理ガスを除去し、無害な雰囲気で常圧状態とした後、上記ウェハポート64を上記反応管62からアンローディングすることにより、一連の成膜処理を終了し、次のロットに対する成膜処理を行う。

【0070】そして、成膜処理を反復して行った結果、上記反応管62内の被処理体以外の部分、特に石英で構成されている部分にチタンやチタンナイトライドなどが被着し、パーティクル源となるおそれがあると、例えば図示しないパーティクルカウンタにより、判断された場合には、本発明に基づいて、所定のクリーニングガスによるドライクリーニング処理が行われる。

【0071】次に、本発明に基づいて実施可能な第1及び第2ドライクリーニング方法に関する実施例について説明する。

【0072】(1) 第1ドライクリーニング方法

この実施例では、以下に示すクリーニングガスを用いて第1ドライクリーニングを実施する。

- ・少なくとも三塩化窒素( $NCI_3$ )を含むクリーニングガス、
- ・少なくとも三塩化窒素( $NCI_3$ )及び窒素( $N_2$ )を含むクリーニングガス、
- ・少なくとも三塩化窒素( $NCI_3$ )、窒素( $N_2$ )及び不活性ガスを含むクリーニングガス、

この第1ドライクリーニング時には、上記蓋体77を閉止して、上記反応管62内を密閉した後、上記ガス供給管70より、上記クリーニングガスを、0.01 Torr～100 Torr、好ましくは0.1 Torr～1 Torr程度の減圧雰囲気に調整した上記反応管62内に導入する。

【0073】そしてこの第1ドライクリーニングによれば、フッ素系ガスによるクリーニングにより生じていたフッ化物よりも蒸気圧が高い、従って沸点が低い塩化物が副生成物として生成する。この副生成物は、処理室内壁などの付着することなく、容易に気相化し、真空排

気されるので、パーティクルの発生を未然に防止できる。

【0074】(2) 第2ドライクリーニング方法

この実施例では、三フッ化塩素( $ClF_3$ )又は三フッ化窒素( $NF_3$ )を含むクリーニングガスによりまずドライクリーニングを行う。この第2ドライクリーニング時には、上記蓋体77を閉止して、上記反応管62内を密閉した後、上記ガス供給管70より、上記クリーニングガスを、例えば0.1 Torr～10 Torr程度の減圧雰囲気に調整された上記反応管62内に、例えば10～500 sccmの流量で導入する。

【0075】以上のように、三フッ化塩素( $ClF_3$ )又は三フッ化窒素( $NF_3$ )を含むクリーニングガスによりまずドライクリーニングを行った場合には、例えば反応式( $6TiN + 8NF_3 \rightarrow 6TiF_4 + 7N_2$ )で表される化学反応により反応生成物としてフッ化物( $TiF_4$ )が生成する。このフッ化物、例えば四フッ化チタン( $TiF_4$ )は、上述のように蒸気圧が低いため、そのままでは気相化し難い物質である。そこで、この第2ドライクリーニング工程では、ドライクリーニング後に後処理として、窒素ガスや不活性ガスなどにより、上記処理容器62内をパージした後、アルコール類、例えばイソプロピルアルコールを、例えば0.1 Torr～10 Torr程度の減圧雰囲気に調整した上記反応管62内に、例えば10～200 sccmの流量で導入する。その結果、フッ化物は蒸気圧の高いアルコキシドに変換される。例えば反応式( $TiF_4 + IPA \rightarrow Ti(OR)_4 + 4HF$ )で表される化学反応により、沸点が284℃の四フッ化チタン( $TiF_4$ )は、沸点が58℃のテトライソプロポキシチタン( $Ti(i-OC_3H_7)_4$ )に変換される。このように、従来のドライクリーニングではパーティクルの原因となっていたフッ化物をアルコキシドに変換することにより、容易に気相化させ、処理室外に排気することが可能である。

【0076】以上のようにして、ドライクリーニングを行うことにより堆積物を適宜取り除きつつ、処理を続行する。その際に、第1ドライクリーニング処理によれば、フッ素系ガスによりクリーニング行っていた従来の処理時に生成したフッ化物よりも蒸気圧が高い、塩化物が生成するので、常温であっても副生成物の気相化が促進され、排気される。その結果、副生成物が再び処理室内に堆積して、デポの原因となるような事態を回避することができ、被処理体Wのパーティクル汚染防止を図ると共に、装置のダウンタイムを低減させて、稼働率の向上を図ることが可能となる。また第2のドライクリーニング方法によれば、フッ素系ガスによるドライクリーニングにより処理室内に生成したフッ化物を、IPAなどのアルコール類を添加することにより沸点の低いアルコキシドへ転換する。そのため、常温であっても副生成物の気相化が促進され、副生成物を排気することができる

ので、副生成物が再び処理室内に堆積して、パーティクルの原因となるような事態を回避することができる。

【0077】なお上記実施例で使用されるクリーニングガス、例えば三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )、三フッ化窒素( $\text{ClF}_3$ )又は三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスによる第1又は第2ドライクリーニング工程、第2ドライクリーニング時に行われるIPAによりフッ素系副生成物をアルコールへ変換した後処理工程は、常温においても十分な効果を得ることが可能なので、従来の装置のように、クリーニング対象箇所を加熱する必要はない。ただし、必要な場合には、クリーニング対象箇所をヒータ63により適当な温度、例えば50℃~250℃にまで昇温し、クリーニング時間を短縮することも可能であることは言うまでもない。

【0078】なお、以上においては、枚葉式CVD装置及びバッチ式CVD装置に適用した例を実施例として取り上げ、本発明について説明したが、本発明はかかる実施例に限定されるものではなく、複数の真空処理装置を集合させた、いわゆるマルチチャンバ方式の真空処理装置にも適用することが可能である。

【0079】〔第4実施例〕以下、図4及び図5を参照しながら、本発明をマルチチャンバ方式又はクラスタ方式の真空処理装置に適用した第4実施例について説明する。

【0080】本実施例においては第1~第3の3つの第1~第3の真空処理装置202A、202B、202Cを共通の移載室204に接続し、この移載室204に対して共通に連設された第1及び第2の予備真空室206A、206Bを介して他の移載室208を設け、更にこの移載室208に対して第1及び第2のカセット室210A、210Bを連設して、いわゆるクラスタ装置化してマルチチャンバ方式の真空処理装置集合体を形成している。

【0081】上記真空処理装置202A、202B、202Cは、被処理体である半導体ウエハ表面に連続的に処理する時に必要とされる装置の集合体であり、第1の真空処理装置202Aは例えば微細パターンにチタン層又はチタンナイトライド層をCVDにより形成するものであり、第2の真空処理装置202Bは例えば微細パターンが形成されたウエハ上に400~500℃の温度下でチタン膜をスパッタリングにより成膜するものであり、また、第3の真空処理装置202Cはチタン層又はチタンナイトライド層をエッチバックするためのものである。これら各種処理装置は、この数量及び種類には限定されない。

【0082】まず、この処理装置集合体について説明すると、第1の移載室208の両側にはそれぞれゲートバルブG1、G2を介して第1のカセット室210A及び第2のカセット室210Bがそれぞれ接続されている。これらカセット室210A、210Bは処理装置集合体

のウエハ搬出入ポートを構成するものであり、それぞれ昇降自在なカセットステージ212(図5参照)を備えている。

【0083】第1の移載室208及び両カセット室210A、210Bはそれぞれ気密構造に構成され、両カセット室210A、210Bには、外部の作業室雰囲気との間を開閉して大気開放可能にそれぞれゲートバルブG3、G4が設けられると共に、コ字形の保持部材を有する搬出入口ボット215が設けられる。(図5参照)。この搬出入口ボット215は、図5に示すように外部で前向きにセットされたウエハカセット214を両カセット室210A、210B内に搬入して横向きにセットするように構成されており、ウエハカセット214はカセット室210A、210B内に搬入された後、カセットステージ212により突き上げられて所定の位置まで上昇する。

【0084】第1の移載室208内には、例えば多関節アームよりなる搬送アームとしての第1の移載手段216と、被処理体としての半導体ウエハWの中心及びオリフラ(オリエンテーションフラット)を位置合わせするための回転ステージ218とが配設されており、この回転ステージ218は図示しない発光部と受光部とにより位置合わせ手段を構成する。

【0085】この第1の移載手段216は、上記両カセット室210A、210B内のカセット214と予備真空室206A、206Bとの間でウエハを移載するためのものであり、ウエハ保持部であるアームの先端部の両側には、ウエハWを真空吸着するための吸引孔216Aが形成されている。この吸引孔216Aは図示しない通路を介して真空ポンプに接続されている。

【0086】上記第1の移載室208の後方側には、それぞれゲートバルブG5、G6を介して第1の予備真空室206A及び第2の予備真空室206Bが接続されており、これら第1及び第2の予備真空室206A、206Bは同一構造に構成されている。これらの予備真空室206A、206Bは内部に、ウエハ載置具と、これに保持したウエハを加熱する加熱手段とウエハを冷却する冷却手段とを備えており、必要に応じてウエハを加熱或いは冷却するようになっている。そして上記第1及び第2の予備真空室206A、206Bの後方側には、ゲートバルブG7、G8を介して第2の移載室204が接続されている。

【0087】前記第2の移載室204内には、第1及び第2の予備真空室206A、206Bと3つの真空処理装置202A~202Cとの間でウエハWを移載するための例えば多関節アームよりなる搬送アームとしての第2の移載手段220が配置されている。この第2の移載室204には、それぞれゲートバルブG9~G11を介して左右及び後方の三方に上記3つの真空処理装置202A~202Cが接続されている。

【0088】次に、真空処理装置として第1の真空処理装置202Aを例にとって説明する。前述のようにこの第1の真空処理装置202Aは、金属膜として例えばチタン膜又はチタナイトライド膜をCVDにより成膜するものであり、例えば図2に示すようなランプ加熱式のCVD装置として構成される。なお、装置の詳細については、図2に関連して既に説明したので、重複説明は省略する。

【0089】ただし、この第1の真空処理装置202Aには、図4に示すように処理ガスを供給するための処理ガス供給系220と、所定のクリーニングガスを供給するためのクリーニングガス供給系221がそれぞれ別個独立させて接続されている。また、図示しない真空ポンプに接続されており、必要に応じて処理容器202A内を真空引きすることが可能な真空排気系222も接続されている。なお、本実施例において、クリーニングガス供給系221により処理容器202A内に供給されるガスは次の通りである。

- ・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニングガス、
  - ・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び窒素( $\text{N}_2$ )を含むクリーニングガス、
  - ・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )、窒素( $\text{N}_2$ )及び不活性ガスを含むクリーニングガス
  - ・少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )や三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガス
  - ・少なくともアルコール類、例えばイソプロピルアルコール(IPA)を含む後処理用ガス
- そして、後述するように、成膜処理時には、上記処理ガス供給系220より所定のガスが処理容器202A内に供給されるとともに、クリーニング時には、選択された第1又は第2のクリーニング工程に応じて、上記クリーニングガスより適宜選択されたガスが上記クリーニングガス供給系221を介して処理容器202A内に供給される。

【0090】さらに、図4に示すように他の真空処理装置202B、202Cも第1の真空処理装置202Aと略同様に構成され、すなわち処理ガス供給系220とクリーニングガス供給系221が別個に設けられている。また、各真空処理容器202B、202C内を所定の圧力に真空引きするための真空排気系222も接続されている。

【0091】ところで、クリーニング操作を行う場合には、各真空処理装置202A～202Cのみならず処理装置集合体全体、すなわち第1及び第2の移載室208、204、第1及び第2の予備真空室206A、206B及び第1及び第2のカセット室210A、210Bも同様に或いは個別に行うことから、各室にも第1の真空処理装置202Aに接続されたクリーニングガス供給系221や排気系222と同様に構成されたクリーニングガ

ス供給系230や真空排気系231がそれぞれ接続されている。また、各室には、図示されないが、不活性ガスを室内へ供給するためのガス供給管も接続されている。

【0092】また、各室を区画する壁面や、第1及び第2の移載室208、204内のアーム状の第1及び第2の移載手段216、220にも加熱ヒータ(図示せず)がそれぞれ埋め込まれており、クリーニング時にクリーニング対象領域を所定の温度、例えば50℃～120℃に昇温させることができる。

【0093】次に、以上のように構成された本実施例の動作(成膜処理、並びに第1及び第2ドライクリーニング処理)について説明する。まず、ウエハWを例えば25枚収容したカセット214が搬出ロボット215によりカセット室210A内のカセットステージ212上に載置され、続いてゲートドアG3を閉じて室内を不活性ガス雰囲気にする。

【0094】次に、ゲートバルブG1を開き、カセット214内のウエハWが第1の移載手段216のアームに真空吸着され、予め不活性ガス雰囲気にされている第1の移載室208内にウエハを搬入する。ここで回転ステージ218によりウエハWのオリフラ合わせ及び中心位置合わせが行われる。

【0095】位置合わせ後のウエハWは、予め大気圧の不活性ガス雰囲気になされている第1の予備真空室206A内に搬入された後、ゲートバルブG5を閉じ、例えばこの真空室206A内を $10^{-3} \sim 10^{-6}$  Torrまで真空引きし、これと共に30～60秒間で500℃程度にウエハWを予備加熱する。また、続いて搬入されてきた未処理のウエハWは、同様に第2の真空室206Bに搬入され、予備加熱される。

【0096】予備加熱後のウエハWは、ゲートバルブG7を開いて予め $10^{-7} \sim 10^{-3}$  Torr程度の真空度に減圧された第2の移載室204の第2の移載手段220のアームにより保持されて取り出され、所望の処理を行うべく予め減圧雰囲気になされた所定の真空処理装置内202A、202B、202Cへロードされる。

【0097】また、一連の処理が完了した処理済みのウエハWは、第2の移載手段220により保持されて真空処理装置202Aから取り出され、空き状態となった第1の予備真空室206A内に収容される。そして、この処理済みのウエハWは、この真空室206A内で所定の温度まで冷却された後、前述したと逆の操作により処理済みのウエハを収容する第2のカセット室210B内のウエハカセット214に収容される。

【0098】そして、上記予備加熱されたウエハWは、予めプログラムされた所望の順序に従って順次、成膜処理やエッチング処理が行われる。例えば、まず、第1の真空処理装置202Aにて例えばチタン膜又はチタナイトライド膜の成膜を行い、次に、第3の真空処理装置202Cにてチタン膜又はチタナイトライド膜のエ

チバックを行い、更に、第2の真空処理装置202Bにて例えばチタンの成膜を行い、全体の処理を完了する。

【0099】さて、このようにウェハWの一連の処理を、所定枚数あるいは所定時間にわたり反復して実施すると、各処理装置内には成膜が付着し、パーティクル発生の原因となるおそれがある。あるいはウェハWの搬送ルートにおいても、処理済みウェハWの受け渡し時に成膜がはがれてパーティクルとなって浮遊したり、底部に堆積することがある。従って、このようなデボやパーティクルを除去するために、本発明に基づいて第1又は第2のドライクリーニング工程が行われる。これらのドライクリーニング工程は、処理装置集合体全体を一度に行ってもよし、または特定の真空処理装置や搬送ルートの特定の部屋を個別に行うようにしても良い。各真空処理装置を個別にクリーニングする工程については、図1～図3に関連して説明した工程とほぼ同様なので、ここでは、処理装置集合体全体を一度にクリーニングする場合について説明する。

【0100】成膜処理の終了により各真空処理装置202A～202Cの各処理ガス供給系220の各開閉弁を閉じ、対応する処理装置へ供給していた処理ガスの供給が停止される。この状態で各室間を気密に閉じている各ゲートバルブを開放すると、各室間に存在していた差圧により内部に好ましくなく気流が発生し、例えばパーティクル等の飛散の原因となる。そのために、各ゲートバルブを閉じた状態で、すなわち各室個別の気密状態を維持した状態でそれぞれの室に個別に不活性ガス、例えば窒素ガスを流す。

【0101】このようにして、各室内の圧力が窒素雰囲気によりそれぞれ同圧、例えば大気圧になったならば、各室間を区画しているゲートバルブG1、G2、G5～G11を開放状態として、処理装置全体を連通させ、1つの連通された空間を構成する。なお、この状態では、カセット室210A、210BのゲートバルブG3、G4はそれぞれ閉止されており大気開放はされていない。

【0102】次に、この処理装置全体に選択されたドライクリーニング方法に応じたクリーニングガスを流すことによりクリーニングを行う。この場合には、各真空処理装置202A～202Cからクリーニングガスを供給し、これを装置集合体全体に流し、下流側である両カセット室210A、210Bの各真空排気系231から系外へ排気する。また、これと同時に各真空処理装置202A～202Cに接続した真空排気系222も駆動して各処理容器内にクリーニングガスが十分に行き渡るように構成することもできる。また、各真空処理装置202A～202B、各移載室204、208、各予備真空室206A、206B、カセット室210A、210Bの壁部等に設けた各加熱装置を駆動することにより、クリーニング対象領域を所望の温度、例えば50℃～120℃にまで昇温させ、クリーニング効率を高めるように構

成することもできる。

【0103】次に、本発明に基づいて実施可能な第1及び第2ドライクリーニング方法に関する実施例について説明する。

【0104】(1)第1ドライクリーニング方法

この実施例では、以下に示すクリーニングガスを用いて第1ドライクリーニングを実施する。

- ・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )を含むクリーニングガス、
- ・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )及び窒素( $\text{N}_2$ )を含むクリーニングガス、
- ・少なくとも三塩化窒素( $\text{NCl}_3$ )、窒素( $\text{N}_2$ )及び不活性ガスを含むクリーニングガス、

この第1ドライクリーニング時には、上記のようにして構成された真空処理装置集合体の連通空間を、0.01 Torr～100 Torr、好ましくは0.1 Torr～1 Torr程度の減圧雰囲気調整しつつ、上記クリーニングガスを各真空処理室202A～202C内に導入する。

【0105】そして、各真空処理室202A～202C内において、内壁面、各治具やシャワーヘッド、透過窓等に付着した成膜や膜片と反応して、これらを沸点の低い塩化物に転換する。この副生成物は、処理室の内壁などの付着することなく、容易に気相化し、真空排気されるので、パーティクルの発生を未然に防止できる。このように、各真空処理室202A～202C内をクリーニングしたガスは、ゲートバルブG9～G11を介して第2の移載室204に流入し、合流する。なお、一部のクリーニングガスは、各処理容器に接続した真空排気系222からも排気される。このように、移載室204に流入して合流したクリーニングガスは、次いでゲートバルブG7、G8を介して第1及び第2の予備真空室206A、206Bに流れ、さらにゲートバルブG5、G6を介して第1の移載室208に流入する。そして、さらにこのクリーニングガスは、ゲートバルブG1、G2を介してそれぞれ第1のカセット室210Aと第2のカセット室210Bに分岐して流れ、最終的に各カセット室の真空排気系231から真空引きされて排出される。

【0106】(2)第2ドライクリーニング方法

この実施例では、第1ドライクリーニングとは異なり、まず、フッ素系のガス、例えば三フッ化塩素( $\text{CF}_3$ )又は三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )を含むクリーニングガスによりドライクリーニングを行う。この第1ドライクリーニング時には、上記のようにして構成された真空処理装置集合体の連通空間を、0.01 Torr～100 Torr、好ましくは0.1 Torr～1 Torr程度の減圧雰囲気調整しつつ、上記クリーニングガスを各真空処理室202A～202C内に導入する。そして、第1ドライクリーニング方法と同様にクリーニングガスを、第2の移載室204→第1及び第2の予備真空室2



06A、206B→第1の移載室208→第1及び第2のカセット室210A、210Bの順に順次流し、最終的に各カセット室の真空排気系231から排気する。

【0107】以上のように、三フッ化塩素(ClF<sub>3</sub>)又は三フッ化窒素(NF<sub>3</sub>)を含むクリーニングガスによりまずドライクリーニングを行った場合には、例えば反応式(6TiN+8NF<sub>3</sub>→6TiF<sub>4</sub>+7N<sub>2</sub>)で表される化学反応により反応生成物としてフッ化物(TiF<sub>4</sub>)が生成する。このフッ化物、例えば四フッ化チタン(TiF<sub>4</sub>)は、上述のように蒸気圧が低いため、そのままでは気相化し難い物質である。そこで、この第2ドライクリーニング工程では、ドライクリーニング後に、上記フッ化物の除去処理を行う。このフッ化物の除去処理に先立って、まず、フッ素系のドライクリーニングガスを流したのとほぼ同様の手順により、窒素ガスや不活性ガスなどを連通空間内に導入し、パージ処理を行う。

【0108】次いで、アルコール類、例えばイソプロピルアルコールを、例えば0.1Torr~10Torr程度の減圧雰囲気中に調整された、上記各真空処理容器202A~202Cに、例えば10~200sccmの流量で導入し、第2の移載室204→第1及び第2の予備真空室206A、206B→第1の移載室208→第1及び第2のカセット室210A、210Bの順に順次流し、最終的に各カセット室の真空排気系231から排気する。これにより、フッ素系ガスによるドライクリーニングの結果、真空処理装置集合体の連通空間内に好ましく存在するフッ化物は蒸気圧の高いアルコキシドに変換される。例えば反応式(TiF<sub>4</sub>+IPA→Ti(OR)<sub>4</sub>+4HF)で表される化学反応により、沸点が284℃の四フッ化チタン(TiF<sub>4</sub>)は、沸点が58℃のテトライソプロポキシチタン(Ti(i-OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub>)に変換される。このように、従来のドライクリーニングではパーティクルの原因となっていたフッ化物をアルコキシドに変換することにより、容易に気相化させ、処理室外に排気することが可能である。

【0109】以上のようにして、本実施例においては、ドライクリーニングを行うことによりデポを適宜取り除きつつ、処理を続行する。その際に、第1ドライクリーニング処理によれば、フッ素系ガスによりクリーニング行っていた従来の処理時に生成したフッ化物よりも蒸気圧が高い、塩化物が生成するので、常温であっても副生成物の気相化が促進され、排気される。その結果、副生成物が再び処理室内に堆積して、デポの原因となるような事態を回避することができ、被処理体Wのパーティクル汚染防止を図ると共に、装置のダウンタイムを低減させて、稼働率の向上を図ることが可能となる。また第2のドライクリーニング方法によれば、フッ素系ガスによるドライクリーニングにより処理室内に生成したフッ化物を、IPAなどのアルコール類を添加することにより

沸点の低いアルコキシドへ転換する。そのため、常温であっても副生成物の気相化が促進され、副生成物を排気することができるので、副生成物が再び処理室内に堆積して、パーティクルの原因となるような事態を回避することができる。

【0110】なお、以上においては、枚葉式CVD装置、バッチ式CVD装置及びマルチチャンバ方式の真空処理装置集合体に適用した例を実施例として取り上げ、本発明について説明したが、本発明はかかる実施例に限定されるものではなく、各種半導体処理装置、例えばエッチング装置やアッシング装置、スパッタリング装置などのクリーニングを行う場合にも適用できることは言うまでもない。また、上記実施例にあっては真空処理装置を例にとりて説明したが、本発明は常圧の処理装置にも当然に適用できる。

【0111】また、上記実施例にあっては、チタン又はチタンナイトライド膜のクリーニングについて説明したが、クリーニング対象である膜は、これに限定されない。例えば、第1クリーニング方法は、クリーニング後に生成する副生成物である塩化物の蒸気圧がそのフッ化物の蒸気圧よりも高い金属又はその化合物に対して適用することが可能である。また、第2クリーニング方法は、クリーニング後に生成する副生成物であるフッ化物がアルコール類と反応し、蒸気圧の高いアルコキシドに変換可能な金属又はその化合物に対して適用することが可能である。

【0112】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、チタンやチタンナイトライドのような金属又はその化合物に対するクリーニングガスとして、少なくとも三塩化窒素を含むクリーニングガスを用いるので、クリーニング時には、反応生成物として窒化物が生成する。この窒化物は、チタンやチタンナイトライドをフッ素系のクリーニングガスにより処理した場合の反応生成物であるフッ化物に比較して、沸点が低いので、容易に気相化され、処理室内に堆積することなく除去可能である。

【0113】さらに本発明によれば、チタンやチタンナイトライドのような金属又はその化合物に対するクリーニングガスとして、少なくともフッ化物、例えば三フッ化塩素(ClF<sub>3</sub>)や三フッ化窒素(NF<sub>3</sub>)を含むクリーニングガスを用いた結果、副生成物として沸点の高い、例えば四フッ化チタン(TiF<sub>4</sub>)のようなフッ化物が生成した場合であっても、後処理として、アルコール類、例えばイソプロピルアルコールを前記処理室内に導入することにより、フッ化物を蒸気圧の高いアルコキシドへ転換することが可能なので、容易に気相化し、処理室外に排気することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を適用可能な枚葉式の抵抗加熱型CVD装置の概略断面図である。



【図 2】本発明を適用可能な枚葉式のランプ加熱型 C V D 装置の概略断面図である。

【図 3】本発明を適用可能なバッチ式 C V D 装置の概略断面図である。

【図 4】本発明を適用可能なマルチチャンバ方式の真空処理装置の概略平面図である。

【図 5】図 4 に示す真空処理装置の概略斜視図である。

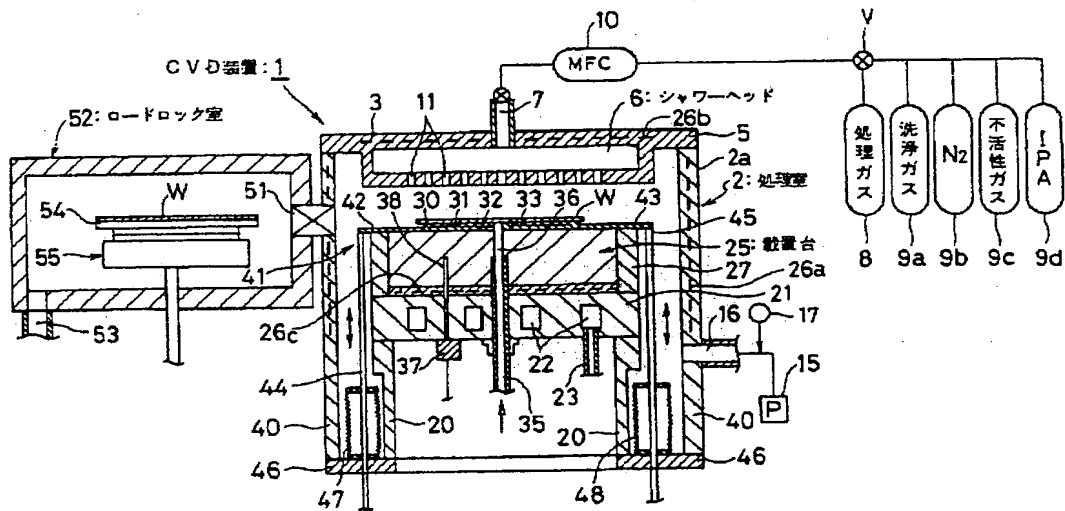
【符号の説明】

W 被処理体

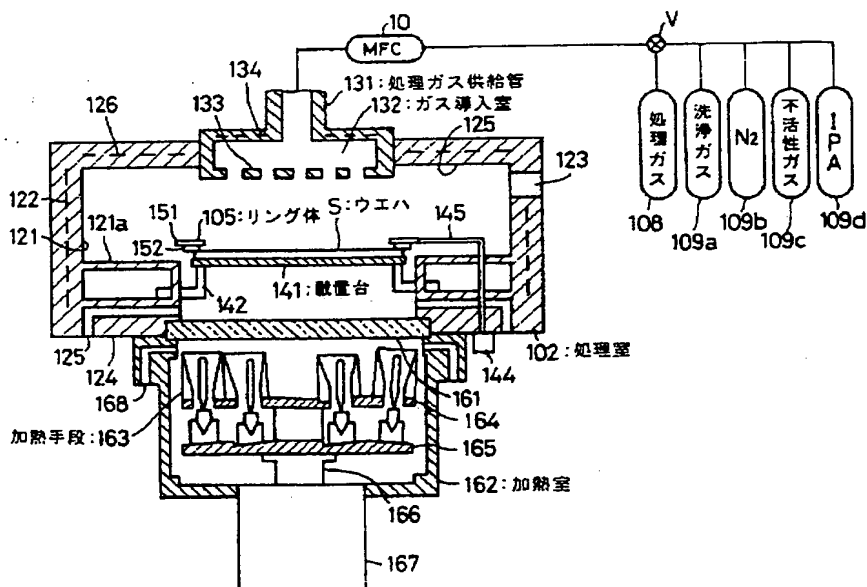
- \* v    ガス切換弁  
1    C V D 装置  
2    処理室  
6    シャワーヘッド  
7    ガス供給管  
8    処理ガス源  
9    クリーニングガス源  
10   流量制御器

\*

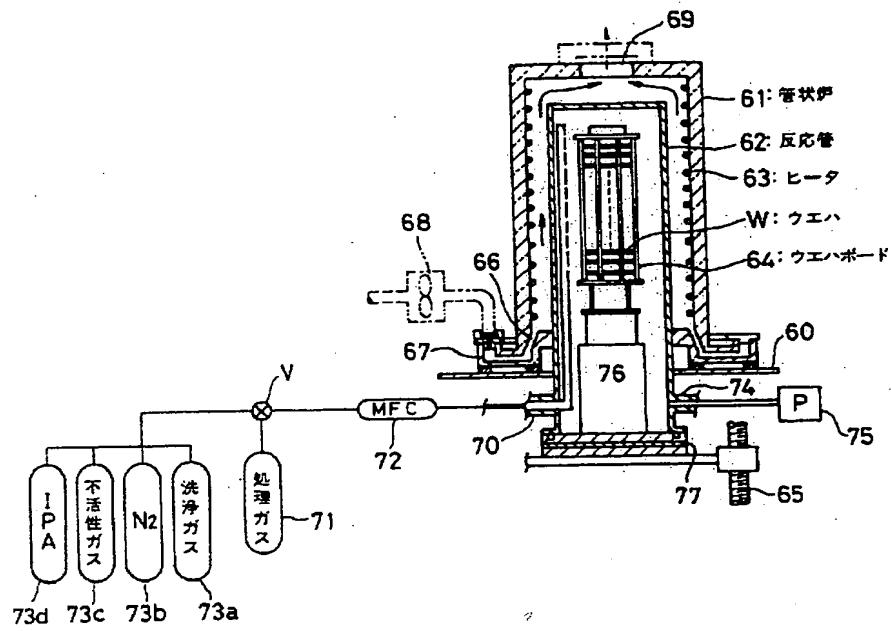
【図 1】



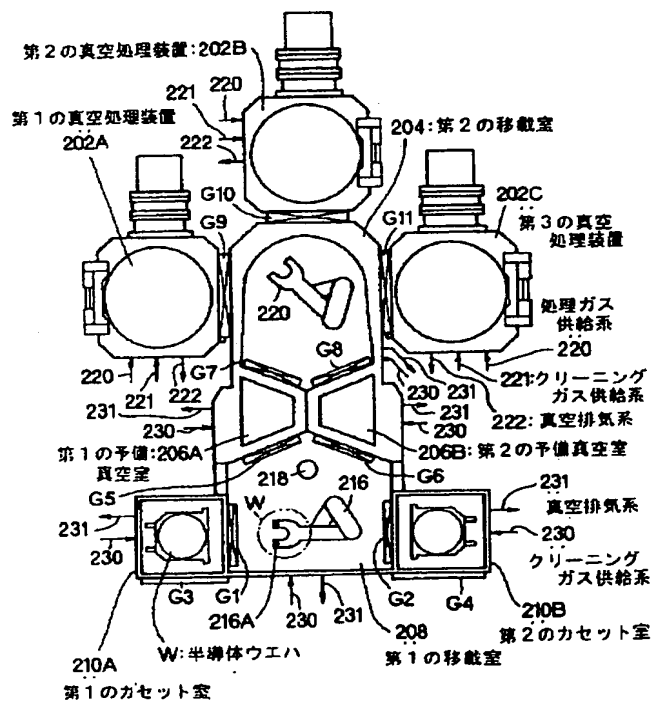
【図 2】



【図3】



【図4】



【図 5】

